

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

0 342 386

A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 89107284.5

(51) Int. Cl. 4: C08G 12/42 , C08L 61/32 ,  
D21H 3/52 , C09D 3/50 ,  
D06M 15/423

(22) Anmeldetag: 22.04.89

Patentansprüche für folgenden Vertragsstaat: ES.

(30) Priorität: 28.04.88 DE 3814292

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
23.11.89 Patentblatt 89/47(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE(71) Anmelder: BASF Aktiengesellschaft  
Carl-Bosch-Strasse 38  
D-6700 Ludwigshafen(DE)(72) Erfinder: Busse, Gerd  
Thomas-Mann-Strasse 28  
D-6704 Mutterstadt(DE)  
Erfinder: Decher, Jakob  
Otto-Karch-Strasse 12  
D-6712 Bobenheim-Roxheim(DE)  
Erfinder: Eisele, Wolfgang, Dr.  
Niedererdstrasse 103  
D-6700 Ludwigshafen(DE)  
Erfinder: Haeussler, Edgar  
Friedhofstrasse 9  
D-6737 Boehl-Iggelheim(DE)  
Erfinder: Wittmann, Otto  
Max-Beckmann-Strasse 13 b  
D-6710 Frankenthal(DE)

(54) Mittel zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen.

(57) Mittel zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen auf der Grundlage einer wäßrigen Lösung eines partiell mit Alkohol verethereten Melamin-Formaldehyd-Kondensats geben beim Tränken dickerer Papiere auch ohne die Mitverwendung organischer Lösungsmittel sehr gute Ergebnisse, wenn sie aus einer wasserunverträglichen oder nur begrenzt wasserträglichen Lösung eines überwiegend oder ganz mit einem wasserlöslichen einwertigen aliphatischen Alkohol verethereten Formaldehyd-Melamin-Kondensats mit einem Molverhältnis von Formaldehyd zu Melamin von mindestens 4,5 durch Umsetzen bei etwa 50 bis 100 °C bei einem sauren pH-Wert mit mindestens 1 Mol, pro Mol Melamin des Kondensats, eines wasserlöslichen 2- oder 3-wertigen Alkohols bis zur Entstehung eines unbegrenzt wassermischbaren Zustandes der Lösung, hergestellt sind.

EP 0 342 386 A1

## Mittel zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen

Die Erfindung betrifft ein Mittel zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen auf der Grundlage einer wäßrigen Lösung eines zumindest partiell mit Alkohol veretherten Melamin-Formaldehyd-Kondensats, das sich insbesondere zum Tränken von dicken Papieren mit hohem Flächengewicht eignet.

Es ist z.B. aus der DE-OS 20 05 166 bekannt, wasserlösliche veretherte Methylolmelamine unter Mitverwendung von einem 2- oder 3-wertigen Alkohol und einem einwertigen Alkohol herzustellen. Die Produkte dienen insbesondere zur Textilausrüstung, als Griff gebende Mittel bei der Ausrüstung von Materialien aus Synthefasern und als Zusatzprodukte für Klebstoffe.

Es ist aus DE-AS 19 32 528 und DE-OS 34 30 248 auch bekannt, wäßrige bzw. wäßrig alkalische Lösungen aus Melamin-Formaldehyd-Vorkondensaten zum Tränken von Papierbahnen zu verwenden, die nach dem Trocknen zu Schichtpreßstoffen verarbeitet oder zur Oberflächenvergütung von Holzwerkstoffen verwendet werden. Die Papierbahnen sind nicht sonderlich dick, meist ca. 0,1 mm dick, und werden einzeln oder durch Übereinanderlegen mehrerer Schichten weiterverarbeitet. Die Qualität der Tränkharze, die Vorgänge des Tränkens und die Methoden der Weiterverarbeitung sind zahlreich und haben bereits einen hohen Perfektionsgrad erreicht.

Schwieriger wird der Tränkprozeß, wenn dickere Papiere, z.B. solche mit Dicken von 0,1 bis 0,7 mm als Substrat herangezogen werden. Es ist leicht einzusehen, daß gegenläufige Forderungen, wie gründliche Penetration und Trängeschwindigkeit mit dicken Papieren schwerer zu erfüllen sind und daß besondere Maßnahmen erforderlich sind, um spaltfeste und elastische Produkte zu erhalten. Dafür setzt man im allgemeinen den Imprägnierflotten der marktüblichen Harze organische Lösemittel, z.B. Methanol, Ethanol oder Isopropanol zu, um eine gute und schnelle Penetration des Harzes in das Papier zu erreichen. Die Mitverwendung organischer Lösungsmittel hat u.a. die Nachteile, daß sie beim Trocknen die Abluft und die Umwelt belassen und zudem verlorene Einsatzstoffe darstellen.

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, Mittel zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen aufzuzeigen, die sich auch ohne die Mitverwendung organischer Lösungsmittel wie Alkoholen zum Tränken dickerer Trägerstoffe, insbesondere dickerer Papiere eignen und dennoch eine gute Penetration des Tränkharzes in das Papier bei üblicher Durchlaufgeschwindigkeit geben, eine geringe Quellung des Papiers bewirken bei guter Haftung zum Trägermaterial, ferner eine Spaltfestigkeit und ausreichende Elastizität des getränkten Papiers bei guter Planlage geben sowie ein gutes Lackstehvermögen und ein hinreichendes Potlife der Imprägnierflotten aufweisen.

Es wurde nun gefunden, daß Mittel zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen auf der Grundlage einer wäßrigen Lösung eines zumindest partiell mit Alkohol veretherten Melamin-Formaldehyd-Kondensats die gestellte Aufgabe weitgehend erfüllen, wenn die wäßrige Lösung aus einer wasserunverträglichen oder einer nur begrenzt wasserunverträglichen Lösung eines überwiegend oder ganz mit einem wasserlöslichen einwertigen aliphatischen Alkohol veretherten Melamin-Formaldehyd-Kondensats (A) mit einem Molverhältnis von Formaldehyd zu Melamin von mindestens 4,5 durch Umsetzen bei etwa 50 bis 100° C. bei einem sauren pH-Wert, bevorzugt bei einem pH-Wert von etwa 3,0 bis 6,5 und insbesondere 3,5 bis 5,0, mit mindestens 1 Mol, insbesondere 1 bis 5 Mol (pro Mol Melamin des Kondensats) eines wasserlöslichen 2- oder 3-wertigen Alkohols (B) bis zur Entstehung eines unbegrenzt wassermischbaren Zustandes der Lösung hergestellt ist.

Das erfindungsgemäße Mittel wird somit durch Überführen einer wasserunverträglichen oder nur begrenzt wasserunverträglichen Lösung eines (teil)veretherten Melamin-Formaldehyd-Kondensats (A) in eine unbegrenzt wassermischbare oder vollkommen wasserunverträgliche Lösung hergestellt, was durch Umsetzen mit einem 2- und/oder 3-wertigen wasserlöslichen Alkohol unter Erwärmen bei saurem pH-Wert der Reaktionslösung erfolgt.

Die Ausgangslösung des veretherten Melamin-Formaldehyd-Kondensats (A) kann in an sich bekannter Weise hergestellt werden, z.B. durch Kondensation von 1 Mol Melamin mit mindestens 4,5 Molen, bevorzugt 5 bis 10 Molen Formaldehyd in alkalischer wäßriger Lösung und anschließendes ein- oder mehrmaliges Verethern der Methylolgruppen des Kondensats mit zugefügtem überschüssigem wasserlöslichen einwertigem aliphatischen Alkohol, insbesondere Methanol oder Ethanol, z.B. 10 Mol Methanol pro Mol Melamin, im sauren Milieu, z.B. bei einem pH-Wert von 4 bis 6,5. Nach teilweisem Abdestillieren des jeweiligen Alkohol-Wasser-Gemisches resultiert ein wasserunverträgliches Produkt oder ein Produkt, das nur begrenzt wasserunverträglich ist, d.h. maximal 50 Gew.-%, bezogen auf die Harzmenge an Wasser aufnimmt, ohne zwei Phasen zu bilden.

Sehr geeignete mit Alkohol veretherte Melamin-Formaldehyd-Kondensate (A) sind veretherte N-Methylol-melamine mit im Schnitt 4,5 bis 6 N-Methylolgruppen vor der Veretherung und insbesondere

Melaminderivate, bei denen im Schnitt 4,5 bis 6 Wasserstoffatome an den N-Atomen durch N-Methoxymethyl-Gruppen substituiert sind. Sehr bewährt hat sich Hexakis(methoxymethyl)melamin.

Die Viskosität der wäßrigen Lösung des veretherten Ausgangskondensats (A) liegt vorteilhaft bei 2500 bis 7000 mPa.s, insbesondere bei etwa 3000 bis 5000 mPa.s, gemessen an einer ca. 95 %igen Lösung (95 % nicht-flüchtige Anteile) nach DIN 53 018 (Rotationsviskosimeter).

Die Umsetzung der veretherten Kondensatlösung mit 2- und/oder 3-wertigem Alkohol (A) erfolgt unter Erwärmen der Lösung auf im allgemeinen etwa 50 bis 100 °C und bevorzugt 70 bis 95 °C bei einem sauren pH-Wert der Lösung, bevorzugt bei einem pH-Wert von etwa 3,0 bis 6,5 und insbesondere 3,5 bis 5, wobei dieser durch Zusatz einer anorganischen Säure wie Salz-, Schwefel- oder Phosphorsäure oder bevorzugt einer organischen Säure, insbesondere einer Dicarbonsäure wie Maleinsäure und bevorzugt Oxalsäure eingestellt wird. Zuletzt muß eine Temperatur erreicht werden, bei der der niedere Monoalkohol abgezogen wird.

Als wasserlösliche 2- oder 3-wertige Alkohole (B) eignen sich für die Umsetzung besonders wasserlösliche Alkohole mit 2 bis 6 C-Atomen und bevorzugt Ethylenglykol, Di- und Triethylenglykol sowie Glycerin. Doch eignen sich auch andere wasserlösliche Glykole, z.B. Polyethylenglykole, oder Triole, die bei der Umsetzung die Harzlösung in einen unbegrenzt wassermischbaren Zustand überführen. Die Menge an Polyalkohol (B) für die Umsetzung beträgt mindestens 1 Mol pro Mol Melamin im umzusetzenden Tränkharz (A) der Lösung und vorteilhaft 1 bis 5 Mol pro Mol Melamin. Die Umsetzung wird mit Vorteil unter Rühren und so lange durchgeführt, bis die anfängliche Wasserunverträglichkeit oder nur begrenzte Wasserverträglichkeit in eine unbegrenzte Wassermischbarkeit bzw. volle Wasserverdünnbarkeit übergegangen ist, was im allgemeinen nach etwa 2 bis 5 Stunden erfolgt ist.

Der unbegrenzt wassermischbare Zustand der Tränkharzlösung ist dabei in dem Zeitpunkt erreicht, wenn das Harz mit Wasser in jedem Mischungsverhältnis eine klare Lösung bildet.

Nach Erreichen der unbegrenzten Wasserverdünnbarkeit läßt man die Tränkharzlösung abkühlen. Die resultierende Tränkharzlösung zeigt nach der Umsetzung gegenüber der Ausgangslösung eine klar erniedrigte Viskosität, die oft nur bei 1/4 bis 2/3 des Viskositätswertes der Ausgangslösung (in mPa.s) liegt.

Die erfindungsgemäßen Tränkharzlösungen enthalten keine zugesetzten organischen Lösungsmittel wie Monoalkohole und stellen bei der Anwendung daher keine Umweltbelastung dar.

Für manche Anwendung kann dem Mittel mit Vorteil Netzmittel, meist in einer Menge unter 1 Gew.-%, zugesetzt werden, z.B. Fettalkoholethoxylat oder Alkylphenoethoxylat oder Mischungen derselben.

Vorteilhaft enthält das Mittel in Form der zu verwendenden Imprägnierflotte ferner ein zugesetztes sauer wirkendes Härtungsmittel bekannter Art, wie Säuren, in der Hitze spaltbare Ammoniak- oder Aminsalze, von denen p-Toluolsulfonsäure und deren Aminsalze, bevorzugt Mischungen aus Morpholin und p-Toluolsulfonsäure sich als besonders vorteilhaft erwiesen haben.

Vorteilhafte Mittel in Form der Imprägnierflotte enthalten auf 100 Gew.-Teile des Tränkharz (ca. 80 gew.-%ig) 0-100 Gew.-Teile Wasser, 3-6 Gew.-Teile p-Toluolsulfonsäure (50 %ig) und 0,2 bis 0,6 Gew.-Teile Netzmittel.

Zur Erhöhung des Potlifes können den Mitteln bzw. den Imprägnierflotten auch bis zu etwa 2, bevorzugt 0,1 bis zu 1 Gew.-% an Magnesiumchlorid zugesetzt werden.

Insbesondere zur Verbesserung des Lackstehvermögens und der Elastizität ist es oft auch vorteilhaft, den erfindungsgemäßen Mitteln eine wäßrige Dispersion eines Polymerisats oder Copolymerisats eines Acryl- oder Methacrylsäureesters, bevorzugt in Mengen von bis zu etwa 10 Gew.-% des Mittels, zuzusetzen bzw. unterzumischen, z.B. ein Copolymerisat auf Basis von n-Butylacrylat, Acrylnitril, Methacrylsäure und Methacrylamid.

Bei der Verwendung der erfindungsgemäßen Mittel weisen die Imprägnierflotten vorteilhaft einen pH-Wert von 3 bis 6 auf.

Die erfindungsgemäßen Tränkharzlösungen erlauben eine vorteilhafte Imprägnierung auch dicker Papiere ohne den sonst üblichen Zusatz von Alkoholen wie Isopropanol oder von anderen organischen Lösungsmitteln bei guter gleichbleibender Qualität der hergestellten Kantenfilme. Damit hergestellte Möbelkanten sind elastisch, haben eine geringe Papierquellung und sind auch spaltfest. Bei der Verarbeitung der erfindungsgemäßen Tränkmittel ist keine Umweltbelastung durch organische Lösungsmittel gegeben, auch ist die Abgabemenge an Formaldehyd reduziert. Der Verarbeiter kann somit auf eine Abgasreinigung und eine Nachverbrennungsanlage verzichten.

Weitere Vorteile der Erfindung zeigen die nachstehenden Beispiele und Vergleichsversuche auf, die die Erfindung weiter beschreiben, ohne sie zu beschränken. Die darin angegebenen Teile und Prozente beziehen sich, soweit nicht anders angegeben, auf das Gewicht.

## Beispiel 1

In einem 2-Liter-Dreihalskolben mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler wurden 400 g (1,14 Mol bezogen auf Melamin) von technischem Hexakismethoxymethylmelamin mit einem Molverhältnis von Melamin : Formaldehyd : Methoxylgruppen = 1 : 5,7 : 5,2 (Viskosität: 4000 mPa.s) mit 150 g (1,41 Mol) Diethylenglykol versetzt. Nach Zugabe von 0,2 g Oxalsäure wurde die Mischung auf 90 °C aufgeheizt. Dabei stellte sich ein pH-Wert von 4,2 ein.

Der Reaktionsansatz wurde bei 90 °C solange gerührt, bis die anfängliche Wasserunverträglichkeit in eine volle Wasserverdünnbarkeit übergegangen war. Hierfür waren 1 - 2 Stunden erforderlich. Nach Erreichen der Wasserverdünnbarkeit wurde das Reaktionsgemisch auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Man erhielt 550 g einer erfindungsgemäßen Tränkharzlösung mit nachstehenden Eigenschaften: Nichtflüchtige Anteile (2 g Probe, 2 h bei 125 °C getrocknet): 82,1 %; Viskosität: 740 mPa.s; Wasserverdünnbarkeit: 1 : ∞.

## Beispiel 2

In einem 2-Liter-Dreihalskolben mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler wurden 400 g (1,14 Mol bezogen auf Melamin) von technischem Hexakismethoxymethylmelamin mit einem Molverhältnis von Melamin : Formaldehyd : Methoxylgruppen = 1 : 5,7 : 5,2 (Viskosität: 4320 mPa.s) mit 150 g (1,23 Mol) Triethylenglykol versetzt und nach Zugabe von 0,2 g Oxalsäure auf 90 °C aufgeheizt.

Der Reaktionsansatz wurde bei 90 °C solange gerührt, bis die anfängliche Wasserunverträglichkeit in eine volle Wasserverdünnbarkeit übergegangen war. Hierfür waren 4 Stunden erforderlich. Nach Erreichen der Wasserverdünnbarkeit wurde das Reaktionsgemisch auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Man erhielt 550 g einer erfindungsgemäßen Tränkharzlösung mit nachstehenden Eigenschaften: Nichtflüchtige Anteile (2 g Probe, 2 h bei 125 °C getrocknet): 82,2 %; Viskosität: 210 mPa.s; Wasserverdünnbarkeit: 1 : ∞.

## Beispiel 3

In einem 2-Liter-Dreihalskolben mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler wurden 400 g (1,14 Mol bezogen auf Melamin) von technischem Hexakismethoxymethylmelamin mit einem Molverhältnis von Melamin : Formaldehyd : Methoxylgruppen = 1 : 5,7 : 5,2 (Viskosität: 4500 mPa.s) mit 150 g (1,65 Mol) Glycerin versetzt und nach Zugabe von 0,2 g Oxalsäure auf 90 °C aufgeheizt.

Der Ansatz wurde bei 90 °C solange gerührt, bis die anfängliche Wasserunverträglichkeit in eine volle Wasserverdünnbarkeit übergegangen war. Hierfür waren 4 Stunden erforderlich. Nach Erreichung der Wasserverdünnbarkeit wurde das Reaktionsgemisch auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Man erhielt 550 g einer erfindungsgemäßen Tränkharzlösung mit nachstehenden Eigenschaften: Nichtflüchtige Anteile (2 g Probe, 2 h bei 125 °C getrocknet): 75,2 %; Viskosität: 250 mPa.s; Wasserverdünnbarkeit: 1 : ∞.

## Anwendungsbeispiel 1

Eine Mischung von 100 Teilen der gemäß Beispiel 2 hergestellten Harzlösung, 3 Teilen einer Mischung aus Morpholin und p-Toluolsulfonsäure (Gewichtsverhältnis 1 : 1) und 0,4 Teilen einer Netzmittellösung (Kauropol 930/931 im Mischungsverhältnis 2 : 1) hatte einen pH-Wert von 3,8. Die Gelierzeit betrug 5 Minuten. Die Tränkviskosität lag bei 13 Sek. Auslaufzeit im 4 mm-DIN-Becher bei 25 °C. Das Potlife der Imprägnierflotte betrug mindestens 24 Stunden.

Mit der obengenannten Mischung wurden 150-280 g/m<sup>2</sup> schwere Kantenpapiere imprägniert. Das Papier wird auf etwa 50 % beharzt, d.h. auf ein Endgewicht von 225 bzw. 420 g/m<sup>2</sup> gebracht. Der VC-Wert (Restfeuchte) wird dabei auf 2-4 % eingestellt.

Die erhaltenen Kanten haben in Wasser eine Dickenquellung von 13 und lassen sich über einen Dorn bis ca. 6 mm ohne Bruch biegen.

Anwendungsbeispiele 2 und 3 und Vergleichsversuche 1 und 2

Vergleichend werden zum Tränken von Papier Tränkmittel mit einem erfindungsgemäß verwandten Harz gemäß Beispiel 1 (Anwendungsbeispiel 2 sowie Anwendungsbeispiel 3 (unter Zusatz einer handelsüblichen Acrylatdispersion)), und ohne Zusatz von organischen Lösungsmitteln verwandt, sowie ein handelsübliches Tränkmittel, das einmal unter Zusatz von organischem Lösungsmittel (Vergleichsversuch 1), einmal ohne Zusatz von organischem Lösungsmittel (Vergleichsversuch 2) verarbeitet wurde. Die Tränkmittel und die Eigenschaften der getränkten Papiere zeigt die nachstehende Tabelle.

Die Penetrationszeit wurde bestimmt als die Zeit die beim Auflegen eines schwarzen Papiervlieses (120 g/m<sup>2</sup>, 40 mm Durchmesser) auf die Imprägnierflotte (Tränkmittel) bis zur völligen Benetzung verstrich.

Die Papierquellung in % wurde bestimmt, indem nach 24 Stunden Lagerung in Wasser die Dickenquellung mit einer Mikrometerschraube gemessen wurde.

Die Elastizität wurde durch Biegen des getrockneten Films um Dorne mit abnehmendem Durchmesser ermittelt bis der Film bricht.

Die Spaltfestigkeit wurde in einem manuellen Schertest der imprägnierten Folien ermittelt. Bruch senkrecht zur Oberfläche: gut, Bruch parallel zur Oberfläche: schlecht.

Die Tabelle zeigt, daß die erfindungsgemäßen Tränkmittel befriedigende Eigenschaften zeigen. Setzt man eine Acrylatdispersion zu (Anw.Beispiel 3) wird ein besonders gutes sog. Lackstehvermögen erzielt, d.h. ein Lackanstrich auf der Folie sinkt nicht ein.

Tabelle

	Anw. Beispiel 2	Anw. Beispiel 3	Vgl. Versuch 1	Vgl. Versuch 2
Org.Lösungsmittel	ohne	ohne	mit	ohne
Tränkmittel	100 Teile	100 Teile	100 Teile	100 Teile
	Harz gem. Beispiel 1		®Kauramin-Tränkharz 760 fl.	
	80 Teile Wasser	80 Teile Wasser, 10 Teile ®Kauopal 938	20 Teile Isopropanol	60 Teile Wasser
	4,5 Teile	4,5 Teile	6 Teile	1,5 Teile
	p-Toluolsulfonsäure als 50 % wäßrige Lösung			
	0,6 Teile	0,5 Teile	0,5 Teile	0,5 Teile
	Mischung aus 2 Teilen ®Kauopal 930, 1 Teil® Kauopal 931, 7 Teilen Wasser			
Penetrationszeit (sec)	10	10	5	50
Papierquellung (%)	13	13	10	31
Elastizität: Bruch bei ... mm	5	5	6	10
Spaltfestigkeit	gut	gut	gut	schlecht

## Ansprüche

1. Mittel zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen auf der Grundlage einer wäßrigen Lösung eines zumindest partiell mit Alkohol veretherten Melamin-Formaldehyd-Kondensats, dadurch gekennzeichnet, daß diese aus einer wasserunverträglichen oder nur begrenzt wasserträglichen Lösung eines überwiegend oder ganz mit einem wasserlöslichen einwertigen aliphatischen Alkohol veretherten Formaldehyd-Melamin-Kondensats mit einem Molverhältnis von Formaldehyd zu Melamin von mindestens 4,5

durch Umsetzen bei etwa 50 bis 100 °C bei einem sauren pH-Wert mit mindestens 1 Mol, pro Mol Melamin des Kondensats, eines wasserlöslichen 2- oder 3-wertigen Alkohols bis zur Entstehung eines unbegrenzt wassermischbaren Zustandes der Lösung, hergestellt ist.

2. Mittel von Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung des Melamin-Formaldehyd-Kondensats durch Umsetzen mit Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol oder Glycerin als 2- oder 3-wertige Alkohole hergestellt ist.

3. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung beim Umsetzen mit dem wasserlöslichen 2- oder 3-wertigen Alkohol einen sauren pH-Wert von etwa 3,0 bis 6,5 aufweist.

4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es ein zugesetztes Netzmittel enthält.

5. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es ein sauer wirkendes Härtungsmittel enthält.

6. Mittel nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß es als Härtungsmittel p-Toluolsulfonsäure oder eine Mischung davon mit einem Amin, insbesondere Morpholin, enthält.

7. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß ihm kein Monoalkohol als Lösungsmittel zugesetzt wurde.

8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es als Zusatz eine wäßrige Dispersion eines Polymerisats oder Copolymerisats eines Acryl- oder Methacrylsäureesters enthält.

9. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es in einer Menge von bis zu etwa 2, bevorzugt 0,1 bis 1,0 Gew.-% Magnesiumchlorid enthält.

Patentansprüche für folgenden Vertragsstaat: ES

1. Verfahren zur Herstellung eines Mittels zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen auf der Grundlage einer wäßrigen Lösung eines zumindest partiell mit Alkohol veretherten Melamin-Formaldehyd-Kondensats als Tränkharz, dadurch gekennzeichnet, daß man eine wasserunverträgliche oder nur begrenzt wasservertägliche Lösung eines überwiegend oder ganz mit einem wasserlöslichen einwertigen aliphatischen Alkohol veretherten Formaldehyd-Melamin-Kondensats (A) mit einem Molverhältnis von Formaldehyd zu Melamin von mindestens 4,5, mit mindestens 1 Mol, pro Mol des Kondensats, eines wasserlöslichen 2- oder 3-wertigen Alkohols (B) bei etwa 50 bis 100 °C bei einem sauren pH-Wert bis zur Entstehung eines unbegrenzt wassermischbaren Zustandes der Lösung umsetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung der Lösung des Kondensats (A) mit Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol oder Glycerin als Alkohol (B) erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung mit dem 2- oder 3-wertigen Alkohol (B) bei einem sauren pH-Wert von 3,0 bis 6,5 erfolgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das veretherte Formaldehyd-Melamin-Kondensat (A) vor der Umsetzung ein Derivat des Melamins darstellt, bei dem 4,5 bis 6 Wasserstoffatome des Melamins durch N-Methoxymethylgruppen substituiert sind.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Lösung des Umsetzungsprodukts noch eine kleine Menge eines Netzmittels und/oder eines sauer wirkenden Aminoplast-Härtungsmittels zugesetzt werden.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Lösung des Umsetzungsprodukts noch eine kleine Menge von Magnesiumchlorid zur Erhöhung ihres Potlife zugesetzt werden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Lösung des Umsetzungsprodukts noch eine kleinere Menge einer wäßrigen Dispersion eines Acryl- oder Methacrylsäureester-Polymerisats oder -Copolymerisats zugemischt werden.

8. Verfahren zum Tränken von cellulosehaltigen Faserstoffen wie Papier, dadurch gekennzeichnet, daß man dafür ein gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7 hergestelltes Tränkmittel verwendet.



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 89 10 7284

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
D, X	DE-A-2 005 166 (CHEMISCHE FABRIK PFERSEE GMBH) * Ansprüche 1-3; Seite 2, Absatz 2, lines 28-30; Seite 4, Absatz 2; Seite 5, letzter Absatz *	1, 2, 7	C 08 G 12/42 C 08 L 61/32 D 21 H 3/52 C 09 D 3/50 D 06 M 15/423
A	EP-A-0 262 518 (CASSELLA AG) * Ansprüche 1, 4, 5, 9, 10; Spalte 1, Zeilen 15-29; Spalte 4, Zeilen 29-31 *	1-3	
X	FR-A-1 566 965 (SCADO-ARCHER-DANIELS N.V.) * Anspruch 1; Seiten 2, 3, Beispiele 1, 2; Seite 2, Zeilen 25, 26 *	1, 2	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)
			C 08 G C 08 L D 21 M D 06 M C 09 D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort BERLIN		Abschlußdatum der Recherche 19-07-1989	Prüfer VOIGTLAENDER R O J
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patendokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

**Abstract of EP0342386**

Compositions for impregnating cellulose-containing fibre fabrics based on an aqueous solution of a partially alcohol-etherified melamine-formaldehyde condensate give very good results when impregnating fairly thick papers even without the additional use of organic solvents if they are prepared from a water-incompatible or only restrictedly water-compatible solution of a formaldehyde-melamine condensate having a molar ratio of formaldehyde to melamine of at least 4.5, which is predominantly or completely etherified with a water-soluble monohydric aliphatic alcohol, by reacting with at least 1 mol, per mol of melamine of the condensate, of a water-soluble di- or trihydric alcohol at about 50 to 100 DEG C at an acid pH until the formation of an unrestrictedly water-miscible state of the solution.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide